

Air dan air limbah – Bagian 35 : Cara uji kadar aluminium (Al) terlarut dengan spektrofotometer secara erikromsianin R



Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	1
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu	5
5 Rekomendasi	5
Lampiran A Pelaporan	6
Bibliografi	7



Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 06-4160-1996, *Metode pengujian kadar aluminium terlarut dalam air dengan alat spektrofotometer secara eriochromsianin R*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 3500-Al A and 3500-Al B, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF , Washington DC. SNI telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok .

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.35-2005 ini, maka penerapan SNI 06-4160-1996 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



**Air dan air limbah – Bagian 35 : Cara uji kadar aluminium (Al)
terlarut dengan spektrofotometer
secara eriochromsianin R**

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar aluminium terlarut dalam air dan air limbah dengan spektrofotometer secara eriochromsianin R pada kisaran kadar 0,02 mg/L sampai dengan 0,3 mg/L pada panjang gelombang 535 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

aluminium terlarut

aluminium dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.3

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.4

larutan induk aluminium

larutan yang mempunyai kadar aluminium 1000 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.5

larutan kerja aluminium

larutan baku aluminium yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.6

larutan blanko

air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

2.7

larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk membuat larutan baku dan larutan kerja dengan cara menambahkan asam nitrat pekat 1,5 mL ke dalam setiap 1 L air suling

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Aluminium bereaksi dengan eriochromsianin R pada pH 6 membentuk senyawa kompleks yang berwarna merah muda sampai merah.

3.2 Bahan

- a) Logam aluminium (Al) atau aluminium kalium sulfat dodeka hidrat ($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$);
- b) Larutan asam sulfat, H_2SO_4 6 N;
Masukan dengan hati-hati 10 mL H_2SO_4 pekat ke dalam gelas piala yang berisi 40 mL air suling, selanjutnya larutan diencerkan hingga 60 mL dan dihomogenkan.
- c) Larutan asam sulfat, H_2SO_4 0,02 N;
Masukan dengan hati-hati 1 mL H_2SO_4 6 N ke dalam gelas piala yang berisi 100 mL air suling, selanjutnya larutan diencerkan hingga 300 mL dan dihomogenkan;
- d) Larutan asam askorbat 0,1%;
Larutkan 0,1 g asam askorbat dengan air suling ke dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan sampai tanda tera, lalu dihomogenkan.

CATATAN Siapkan larutan ini setiap akan digunakan.

- e) Larutan bufer asetat;
Larutkan 136 g natrium asetat, $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ke dalam labu ukur 1000 mL dengan air suling, tambahkan 40 mL asam asetat 1 N dan tepatkan sampai tanda tera, lalu dihomogenkan.
- f) Larutan induk pewarna;
Larutkan 100 mg eriokromsianin ke dalam labu ukur 100 mL, tepatkan volumenya sampai tanda tera, lalu dihomogenkan. Larutan ini mempunyai pH kurang lebih 2,9 atau dapat juga dilakukan dengan cara:
Larutkan 150 mg eriokromsianin-R ke dalam gelas piala 100 mL dengan 50 mL air suling. Atur pH dari 9 menjadi $\pm 2,9$ dengan asam asetat (1+1), sekitar 2 mL. Selanjutnya pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan sampai tanda tera, lalu dihomogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil dan dapat disimpan selama 1 tahun.

- g) Larutan pewarna;
Pipet 10,0 mL larutan induk pewarna ke dalam labu ukur 100 mL, dan encerkan dengan air suling sampai tanda tera, lalu dihomogenkan.

CATATAN Larutan ini stabil sampai 6 bulan.

- h) Larutan indikator hijau bromkresol (BCG) atau metil jingga (MO);
- i) Larutkan 100 mg natrium hijau bromkresol atau 100 mg metil jingga dalam 100 mL air suling;
- j) Larutan EDTA 0,01 M;
Larutkan 3,7 g dinatrium EDTA ke dalam labu ukur 1000 mL dengan air suling dan encerkan sampai tanda tera, lalu dihomogenkan.
- g) Larutan natrium hidroksida, NaOH 1 N;
Larutkan dengan hati-hati 40 g NaOH ke dalam gelas piala yang berisi 400 mL air suling, selanjutnya larutan diencerkan hingga 1000 mL dan dihomogenkan.
- h) Larutan natrium hidroksida, NaOH 0,1 N;
Pipet 10 mL larutan NaOH 1N ke dalam gelas piala 200 mL, tambahkan air suling hingga 100 mL dan dihomogenkan.

3.3 Peralatan

- a) spektrofotometer;
- b) neraca analitik;
- c) pH meter;
- d) alat pemanas;

- e) labu ukur 50 mL; 100 mL; dan 1000 mL;
- f) labu erlenmeyer 100 mL; 250 mL dan 1000 mL;
- g) gelas piala 100 mL dan 500 mL ;
- h) pipet ukuran 10 mL ;
- i) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL;
- j) kaca arloji berdiameter 5 cm;
- k) alat penyaring dengan ukuran pori 0,45 μm , dilengkapi dengan *filter holder* dan pompa; dan
- l) kertas saring.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan menambahkan HNO_3 pekat sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimal 6 bulan.

CATATAN Bila Al terlarut yang akan dianalisis, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji

Bila contoh uji mengandung fosfat dengan kadar lebih besar dari 10 mg/L, maka dilakukan perlakuan berikut:

- a) pipet 100 mL contoh uji dan masukkan ke dalam erlenmeyer 200 mL;
- b) tambahkan 1,7 mL larutan H_2SO_4 6 N;
- c) panaskan selama 90 menit dan jaga agar temperatur larutan tetap di bawah titik didihnya. Pada akhir pemanasan volume larutan harus sekitar 25 mL (tambahkan air suling bila perlu agar volumenya 25 mL)
- d) setelah dingin, atur pH larutan menjadi 4,3 sampai dengan 4,5 menggunakan pH meter. Mula-mula dengan larutan NaOH 1 N kemudian dengan larutan NaOH 0,1 N untuk menentukannya.
- e) masukkan larutan ke dalam 100 mL labu ukur dan tepatkan sampai tanda tera dengan air suling.
- f) buat larutan blanko dengan menggunakan 100 mL air suling dan dikerjakan sama seperti di atas.

3.5.2 Pembuatan larutan induk aluminium 500 mg/L

- a) Larutkan 500 mg logam aluminium ke dalam 10 mL HCl pekat, sambil dipanaskan. Pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan tambahkan air suling sampai tanda tera dan dihomogenkan atau
- b) Larutkan 8,791 g aluminium kalium sulfat dodeka hidrat dengan air suling dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian tambahkan air suling sampai tanda tera dan dihomogenkan.

CATATAN Larutan induk aluminium yang digunakan dapat diperoleh dari larutan induk aluminium siap pakai yang diperdagangkan.

3.5.3 Pembuatan larutan baku aluminium 5 mg/L

- a) pipet 5 mL larutan induk aluminium 500 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 500 mL;
- b) tambahkan air suling sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.5.4 Pembuatan larutan kerja aluminium

- pipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL larutan baku aluminium 5 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
- tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar aluminium 0,0 mg/L; 0,05 mg/L; 0,10 mg/L; 0,15 mg/L dan 0,20 mg/L

3.5.5 Pembuatan kurva kalibrasi

- optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar aluminium;
- pipet 25 mL larutan kerja dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL;
- tambahkan 1 mL larutan H_2SO_4 0,02 N, dihomogenkan;
- tambahkan 1 mL larutan asam askorbat, dihomogenkan;
- tambahkan 10 mL larutan bufer asetat, dihomogenkan;
- tambahkan 5 mL larutan pewarna dan encerkan dengan air suling sampai 50 mL dan biarkan selama 5 menit sampai dengan 10 menit;
- masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapannya pada panjang gelombang 535 nm;
- buat grafik hubungan antara serapan dengan kadar aluminium atau hitung persamaan garis lurusnya.

CATATAN Jika ditemukan contoh uji mengandung ion flourida, ke dalam setiap larutan baku aluminium tambahkan sejumlah fluorida sesuai kadar dalam contoh uji. Buat kurva kalibrasi koreksinya. Hitung kadar aluminium menggunakan kurva kalibrasi koreksi.

3.6 Prosedur

- pipet masing-masing 25 mL contoh uji ke dalam 3 erlenmeyer;
- ke dalam erlenmeyer kesatu, tambahkan beberapa tetes larutan indikator metil jingga; Titrasi dengan larutan asam sulfat 0,02 N sampai warna jingga. Catat pembacaan asam sulfat yang digunakan dan buang contoh tersebut;
- ke dalam erlenmeyer kedua dan ketiga, tambahkan asam sulfat dengan volume 1 mL berlebih dari yang digunakan pada langkah 4.6.b);
- ke dalam erlenmeyer kedua tambahkan 1 mL EDTA;

CATATAN Larutan dalam erlenmeyer kedua ini (butir d)) digunakan sebagai larutan blanko dengan pembentukan kompleks aluminium untuk mengkompensasikan warna dan kekeruhan.

- ke dalam erlenmeyer kedua dan ketiga, tambahkan 1 mL asam askorbat, 10 mL larutan bufer dan 5 mL larutan pewarna;
- pindahkan ke labu ukur 50 mL dan tepatkan sampai tanda tera, lalu dihomogenkan;
- biarkan 5 menit - 10 menit;
- ukur serapannya pada panjang gelombang 535 nm;
- atur pembacaan alat pada serapan nol menggunakan larutan blanko EDTA;
- catat serapannya dari larutan contoh uji;

3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar aluminium (mg/L)} = C \times fp$$

dengan pengertian:

C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L);

fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
- b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

- a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
- c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
- d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

5 Rekomendasi

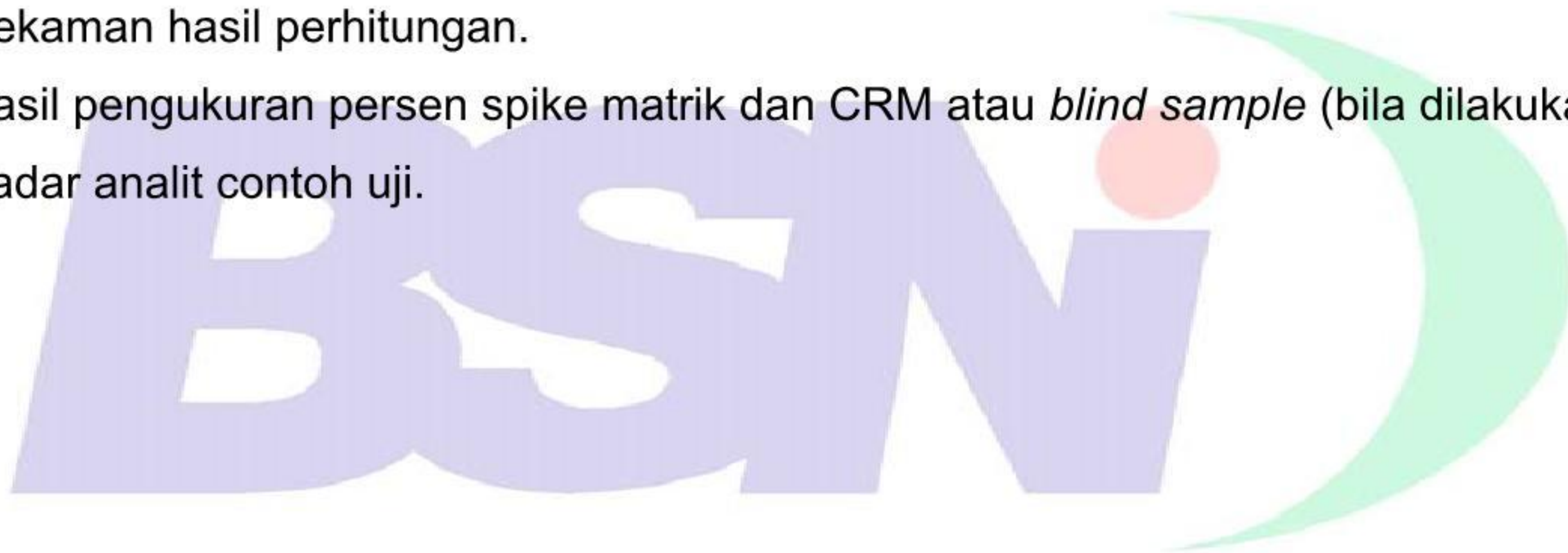
Kontrol akurasi

- a) Analisis CRM
Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
- b) Analisis *blind sample*
Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- c) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
- d) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Batas deteksi.
- 9) Rekaman hasil perhitungan.
- 10) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 11) Kadar analit contoh uji.



Bibliografi

L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 3500-AI A and 3500-AI B, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id